

Chapter 4

분석방법 선정하기

1. 공정시험기준등의 규정에 따라 수질오염물질 별로 분석법을 선정할 수 있다.
2. 수질오염물질 분석방법을 선정하고 이에 따른 장비 및 기구 등을 선정한다.
3. 공정시험기준 등의 규정에 따라 시료의 특성, 수질오염물질별, 분석 조건, 전처리, 시험 조건 등을 선정 및 적용할 수 있다.

1. 분석방법 및 기기선정

1. 수질오염 물질별 분석방법

공정 시험 기준에서 규정하고 있는 수질 오염 물질은 일반 항목, 이온류, 금속류, 유기 물질, 휘발성 유기 화합물, 생물, 퇴적물로 구분되며, 항목별 실험 방법은 다음과 같다.

<표 4-1> 공정 시험 기준에 의한 항목별 분석 방법

구분	항목	분석 방법
일반 항목	노말핵산 추출 물질	추출법(중량 측정법)
	부유 물질	유리 섬유 여과지법(중량 측정법)
	색도	투과율법
	생화학적 산소 요구량	적정법
	수소 이온 농도	pH 측정법
	용존 산소	적정법, 격막 전극법
	잔류 염소	비색법(DPD법), 전류 적정법
	전기 전도도	전기 전도도 측정법
	총유기 탄소	고온 연소 산화법, 자외선-과황산 산화법
	용존 유기 탄소	고온 연소 산화법, 과황산 UV 및 과황산 열 산화법
	클로로필 a	아세톤 용액 추출법
	탁도	탁도법
	투명도	투명도판법(백색 원판)
	화학적 산소 요구량	산성·알칼리성 과망가니즈산칼륨법, 디이크로뮴산칼륨법

이온류	음이온류	이온 크로마토그래피법, 이온 전극법
	아질산성 질소	다이아조화법, 이온 크로마토그래피법
	암모니아성 질소	인도페놀법, 이온 전극법, 중화 적정법
	염소 이온	이온 크로마토그래피법, 질산은 적정법, 이온 전극
	용존 총인	아스코르브산 환원법
	용존 총질소	자외선법
	음이온 계면 활성제	메틸렌 블루법, 연속 흐름법
	질산성 질소	이온 크로마토그래피법, 부르신법, 데발다 합금 환원 증류법
	총인	아스코르브산 환원법, 연속 흐름법
	총질소	산화법, 카드뮴-구리 환원법, 환원 증류-킬달법, 연속 흐름법
금속류	납	다이티존법, 유도 결합 플라즈마·원자 발광 분광법
	수은	다이티존-사염화탄소법, 냉증기-원자 형광법
	철	원자 흡수 분광법, o-페난트롤린법
	구리, 니켈, 망가니즈, 카드뮴	원자 흡수 분광법, 유도 결합 플라즈마/질량 분석법

유기 물질	다이에틸헥실프탈레이트	기체 크로마토그래피 · 질량 분석법
	석유계 총탄화수소	기체 크로마토그래피법
	유기인	기체 크로마토그래피법
	폴리클로리네이티드바이페닐	기체 크로마토그래피법
휘발성 유기 화합물	1,4-다이옥산	기체 크로마토그래피 · 질량 분석법
	염화바이닐, 아크릴로니트릴	헤드스페이스-GC/MS
	휘발성 유기 화합물	퍼지 · 트랩-GC/MS, 헤드스페이스-GC/MS 등
생물	총대장균군	막여과법, 시험관법, 평판 집락법
	분원성 대장균군	막여과법, 시험관법
	대장균	효소 이용 정량법
	생태 독성	24시간 이후 유영 상태 관찰
	식물성 플랑크톤	광학 및 위상차 현미경
	함수율	중량 측정법
퇴적물	화학적 산소 요구량	망가니즈법
	총유기 탄소	원소 분석법
	총질소	원소 분석법, 과황산칼륨법
	총인, 수용성 인	아스코르브산 환원법
	수은	자동 수은 분석법

주: 그 밖의 측정 항목 및 분석 방법은 공정 시험 기준 참조

2. 수질오염 분석항목별 장비 및 기구선정

〈표 4-2〉 측정 항목에 따른 분석 장비 및 기구

구분	측정 항목	분석 장비 및 기구
물리적 성상 분석	온도	유리제 수은 막대 온도계, 서미스터 온도계
	탁도	탁도계, 측정 용기
	색도	여과 장치, 광전 분광 광도계
	투명도	투명도판
	부유 물질	여과 장치, 유리 섬유 여과지, 건조기, 데시케이터, 시계 접시
화학적 성상 분석	수소 이온 농도	pH 측정기, 리트머스 종이, 유리 전극, 표준 전극
	생화학적 산소 요구량	BOD 병, 배양기, 교반기, 삼각 플라스크, 스탠드 등
	화학적 산소 요구량	동근바닥 플라스크, 리비히 냉각관, 물중탕기
	총질소	고압 증기 멸균기, 분해병, 부유 물질용 여과 장치, 분광 광도계 등
	총인	고압 증기 멸균기, 분해병, 감압 흡입기, 전자저울, 플라스크 등
	염소 이온	이온 크로마토그래피, 수욕조, 비커, 플라스크, 필터, 피펫 등
생물학적 성상 분석	총대장균군(시험관법)	다람 시험관, 배양기, 백금이, 시험관, 피펫 등
	분원성 대장균군 (막여과법)	막여과 장치, 배양기, 여과막, 멸균 흡수 패드, 페트리 접시 등
	대장균 (효소 이용 정량법)	다람 시험관, 막여과 장치, 배양기, 백금이, 여과막, 펠트 리 접시 등

주: 그 외 측정항목 및 분석 방법은 공정 시험 기준 참조

3. 기기분석 방법

기기 분석 방법으로는 흡광 광도법, 원자 흡수 분광법, 유도 결합 플라즈마 발광 광도법, 가스 크로마토그래피법, 이온 크로마토그래피법, 고속 액체 크로마토그래피법, 이온 전극법이 있으며, 세부 사항은 다음과 같다.

1) 비색법(UV-VIS) 기기 구성

빛이 시료 용액을 통과할 때 흡수나 산란 등에 의하여 강도가 변화하는 것을 이용하는 것으로, 시료 물질의 용액 또는 여기에 적당한 시약을 넣어 발색시킨 용액의 흡광도를 측정하여 시료 중의 목적 성분을 정량하는 방법으로 파장 200~900nm에서의 흡광도를 측정한다.



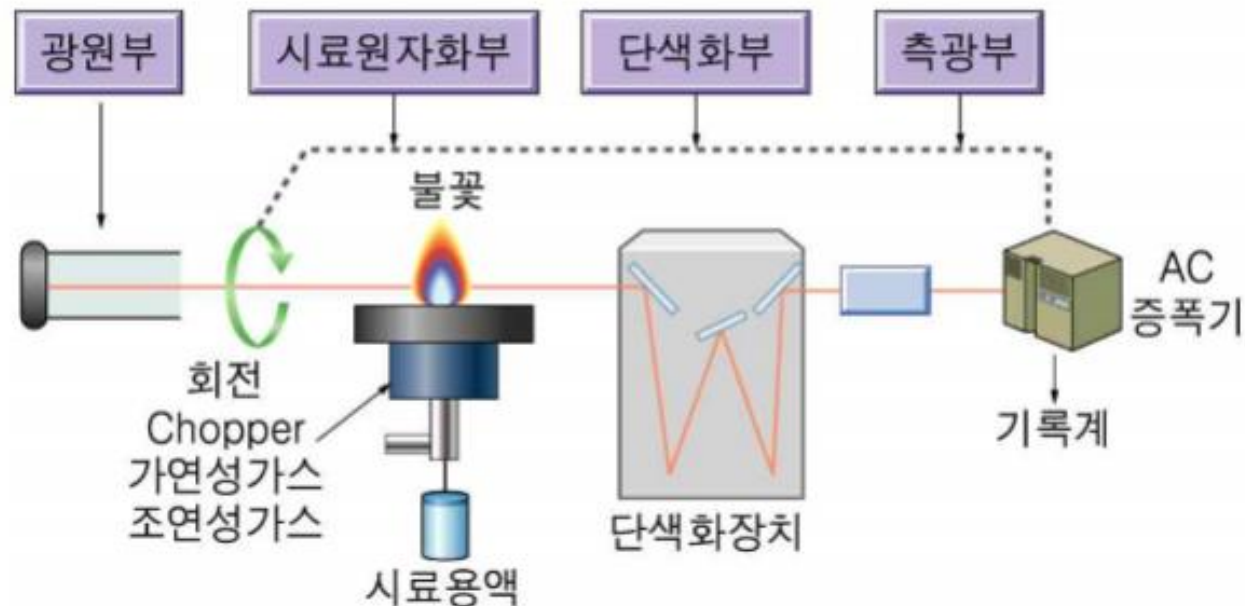
그림 2. 흡광광도 분석장치



2) 원자흡수분광법(atomic absorption spectrophotometry)

시료를 적당한 방법으로 해리(解離)시켜 중성 원자로 증기화하여 생긴 바닥상태(ground state)의 원자는 이 원자 증기층을 투과하는 특유 파장의 빛을 흡수하는 현상을 이용하여 광전 측광(光電測光)과 같은 개개의 특유 파장에 대한 흡광도를 측정하여 시료 중의 원소(元素) 농도를 정량하는 방법이다.

AAS는 광원부, 시료 원자화부, 단색화부, 측광부로 구성되어 있다.



[그림 3-2] AAS 기기 구성

3) 유도 결합플라즈마발광광도법[inductively coupled plasma(ICP) emission spectroscopy])

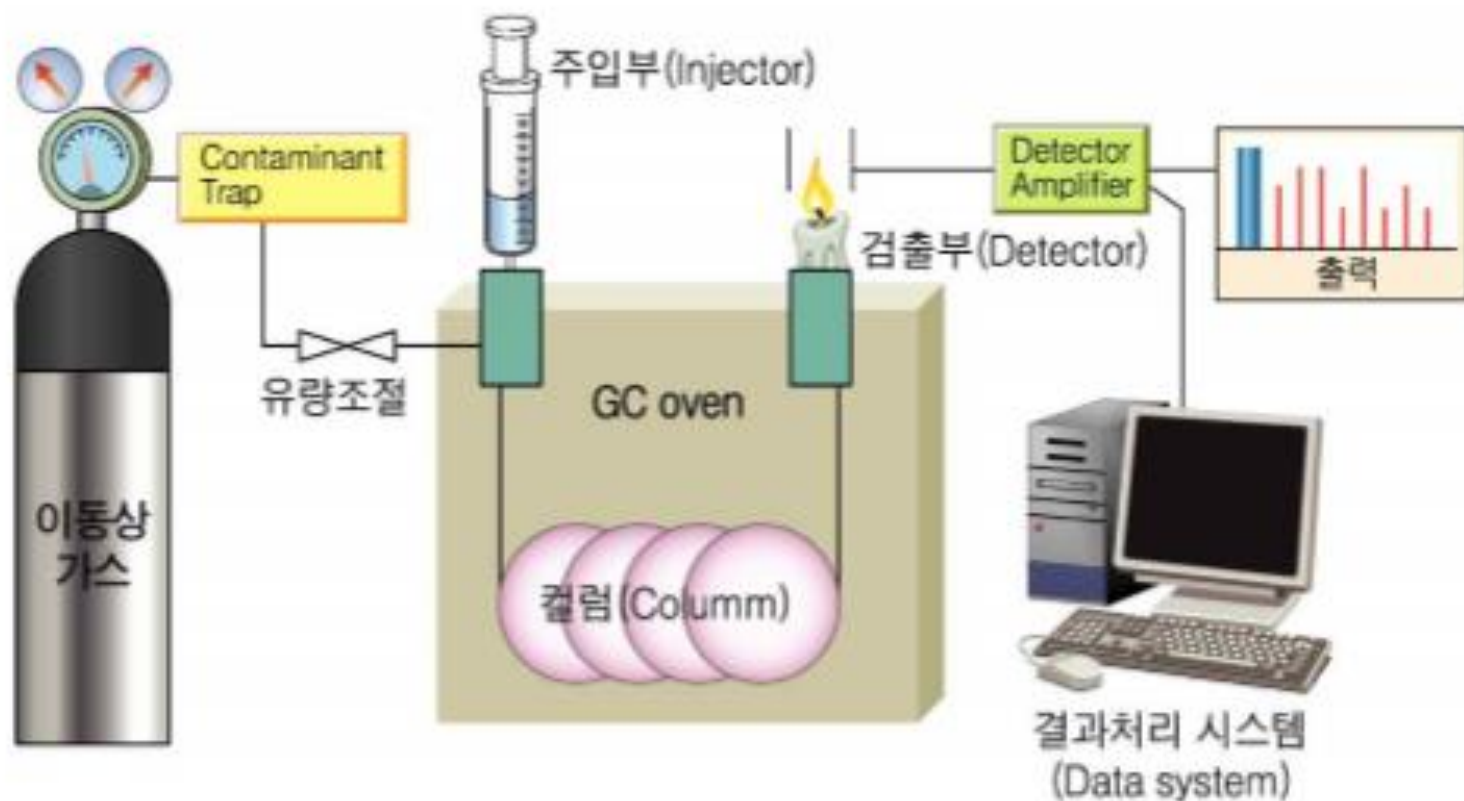
시료를 고주파 유도 코일에 의하여 형성된 아르곤 플라즈마에 도입하여 6,000~8,000° K에서 여기된 원자가 바닥상태로 이동할 때 방출하는 발광선 및 발광 강도를 측정하여 원소의 정성 및 정량 분석에 이용하는 방법이다.

<표 4-2> ICP-OES 주요 기기의 구성과 특징

주요 구성	이름	특징
시료 도입부	시료 Chamber와 Nebulizer	시료 용액을 흡인하여 에어로솔 상태로 플라즈마에 도입되는 부분
유도 결합 플라즈마 발생부	고주파 발생기	수정 발전식의 27.13MHz 또는 40.68MHz로 1~3kW 출력
	토치	내부 지름 18, 12, 1.5mm인 3개의 동심원으로 석영관 사용, 냉각 기체, 운반 기체와 보조 기체로 아르곤 사용
	광원부	유도 결합 플라즈마 - 석영 토치에서 만들어지는 도넛형의 아르곤 플라즈마
분광부 (단색화 분광기, 다색화 분광기)	다원소 동시 분석형 회절 격자	회절격자 성능은 초점 거리, 회절격자의 크기와 간격수, 슬릿의 폭에 좌우되며 분해능으로 결정
기기 제어부, 데이터 처리 기록부	PC	광전자 증배관에 들어간 광세기 → 전류로 변환 → 콘덴서에 저장 → 컴퓨터에서 농도 환산 및 데이터 처리

4) 가스크로마토그래피법(gas chromatography : GC)

적당한 방법으로 전처리한 시료를 운반가스에 의하여 크로마토 관내에 전개시켜 분리되는 각 성분의 크로마토그램을 이용하여 목적성분을 분석하는 방법이다.

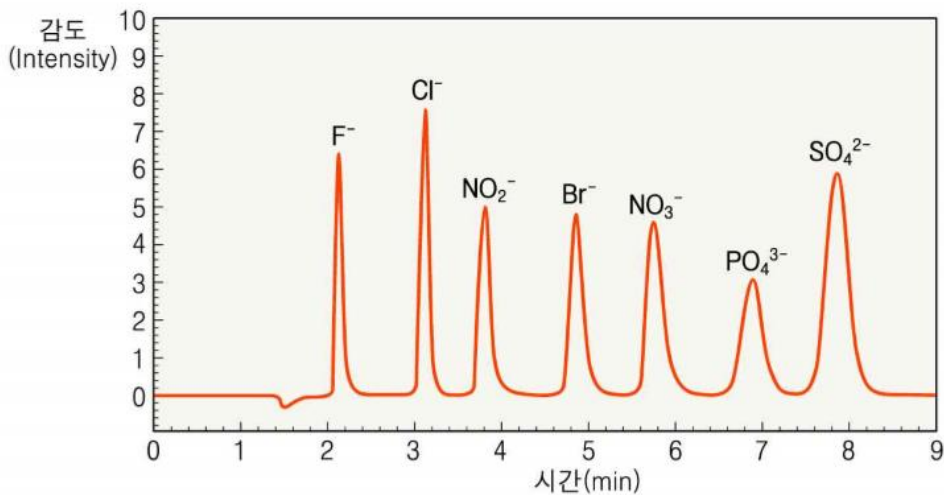


[그림 2-2] 가스 크로마토그래피의 시스템 기본 구성도

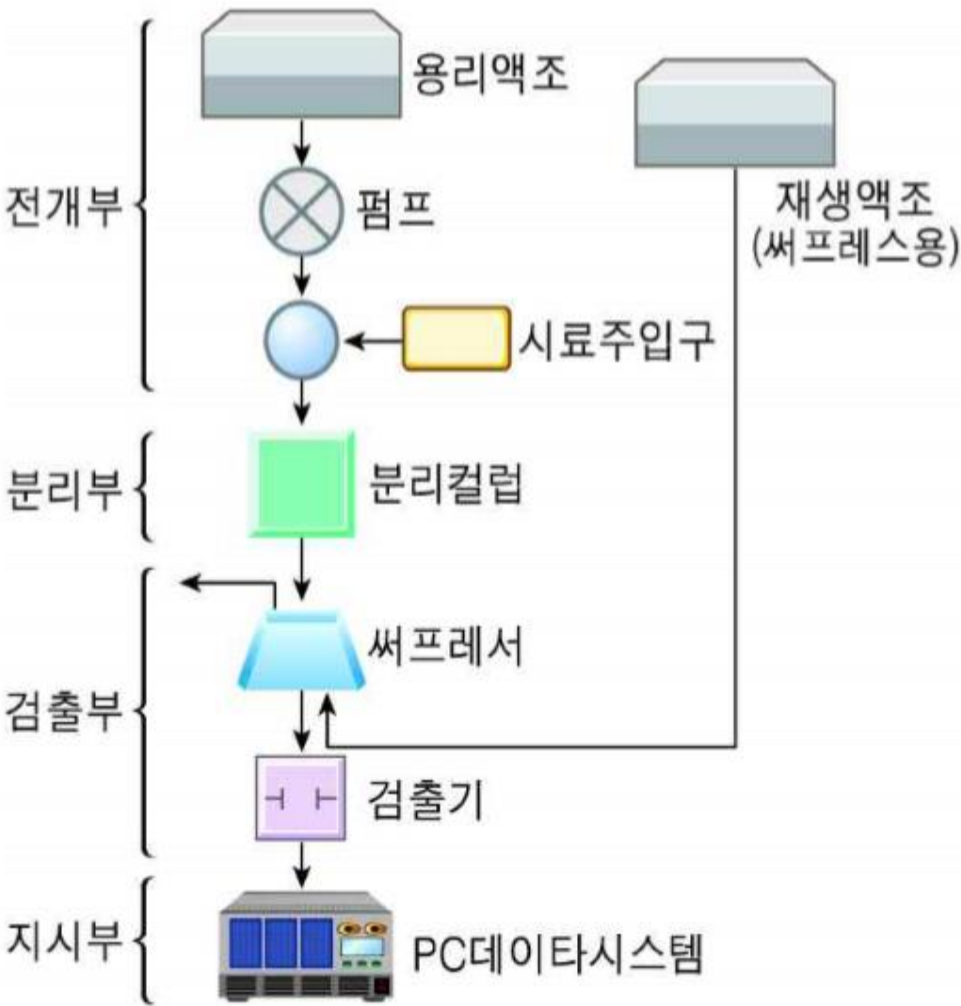
5) 이온크로마토그래피법(Ion chromatography : IC)

액체 시료를 이온 교환 칼럼에 고압으로 전개 시켜
분리되는 각 성분의 크로마토그램을 작성하여 분석
하는 고속 액체 크로마토그래피의 일종으로, 물 시료
중 음이온의 정성 및 정량 분석에 이용한다.

1. 농도가 낮은 표준 용액부터 주입한다.



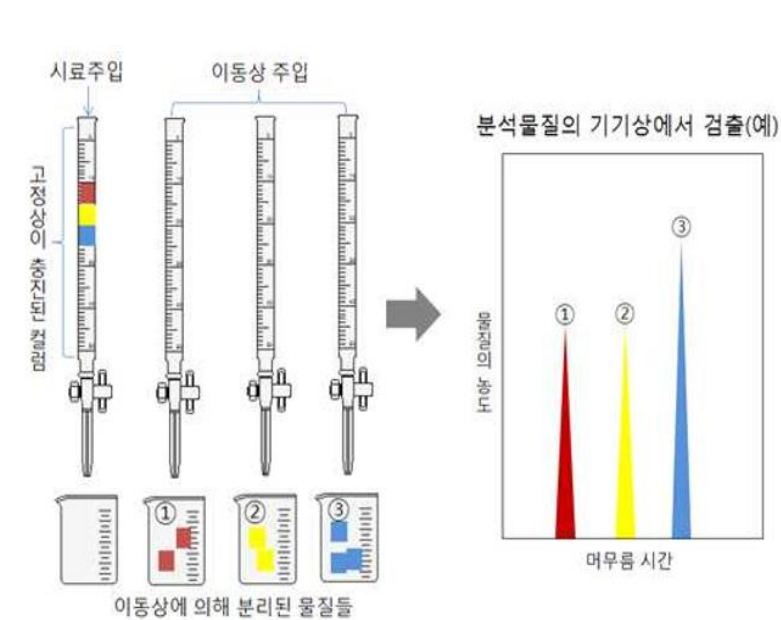
[그림 2-3] 음이온의 크로마토그램 예시



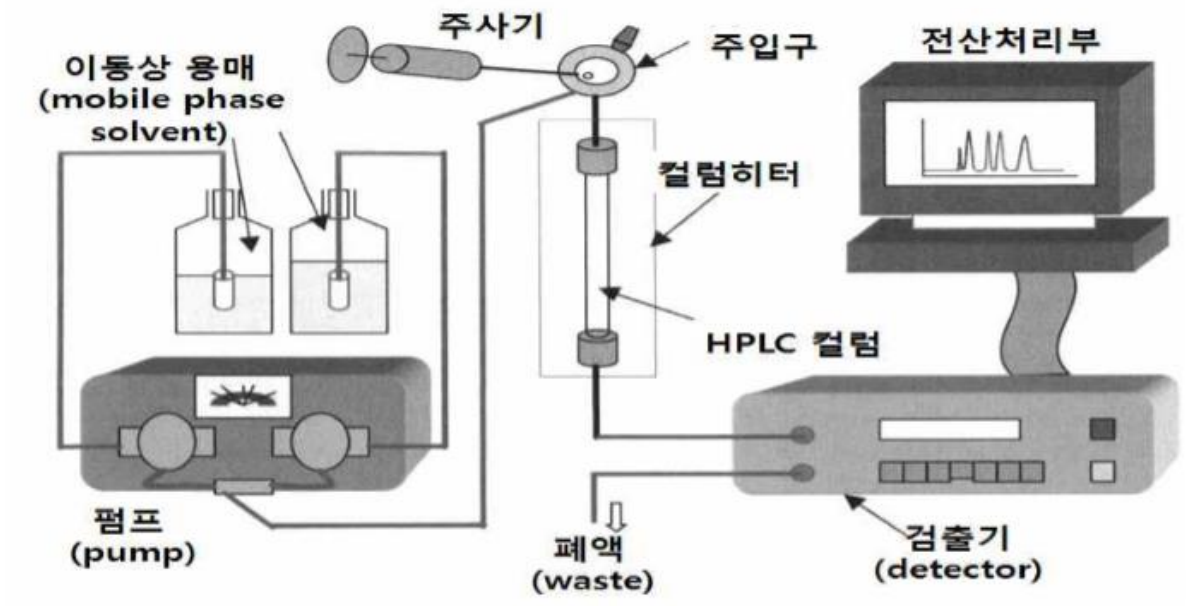
[그림 2-1] IC 기본 구성

6) 고속액체크로마토그래피법(high performance liquid chromatography: HPLC)

- ✓ 펌프에 전개 용매를 흘려주면서 시료를 주입하면 칼럼 내에서 고정상과의 친화력이 약한 성분부터 유출
- ✓ 이러한 시료와 칼럼의 고정상과 친화력의 차이에 의해 물질을 분리시켜 분석하여, 여러 가지 물질을 분리시키는 기기이며,
- ✓ 검출은 주로 UV 검출기와 다중 파장 검출기(PDA: photodiode array), ELSD(evaporative light scattering detector)를 이용한다



[그림 4-1] 액체 크로마토그래피의 원리



[그림 4-2] HPLC 구성도

7) 이온 전극법

시료 중의 분석 대상 이온의 농도에 감응하여, 비교 전극과 이온 전극 간에 나타나는 전위차를 이용하여 목적 이온의 농도를 정량하는 방법이다.



4. 수행 순서

1) 생활하수 : 공정 시험 기준에 의한 수질 오염 물질을 분류하고, 분석하고자 하는 측정 항목의 분석 방법을 선정한다.

(1) 일반 항목 : 부유 물질, 색도, 수소 이온 농도, 용존 산소, 탁도 등

(2) 이온류 : 음이온류, 플루오린 화합물, 브로민 이온, 사이안, 총인, 총질소 등

(3) 금속류 : 구리, 납, 망가니즈, 비소, 수은, 아연, 바륨, 주석, 카드뮴 등

(4) 유기 물질 : 다이에틸헥실프탈레이트, 석유계 총탄화수소, 유기인 등

(5) 휘발성 유기 화합물 : 1,4-다이옥산, 염화바이닐, 아크릴로나이트릴 등

(6) 생물 : 총대장균군, 분원성 대장균군, 대장균, 급성 독성, 식물성 플랑크톤

(7) 퇴적물 : 함수율, 화학적 산소 요구량, 총유기 탄소, 총질소, 총인 등

2) 수행 순서 1)에서 선택한 분석 방법에 대한 측정 장비 및 기구를 선정한다.

3) 분석방법이 기기 분석일 경우 측정하고자 하는 항목에 적합한 기기 분석 장비를 선택한다.

(1) 흡광광도법 : 중금속류, 암모니아성 질소, 인, 사이안, 계면 활성제, PCB 등

(2) 원자흡수분광법 : 중금속류 분석

(3) 유도결합 플라즈마 발광광도법 : 중금속류 분석

(4) 가스크로마토그래피법 : 알킬수은, PCB, 유기인, 탄화수소류 분석

(5) 이온크로마토그래피법 : 시료의 음이온 분석(F^- , Cl^- , NO_2^- , NO_3^- 등)

(6) 고속액체 크로마토그래피법 : 무기 이온, 단백질, 탄수화물 등의 여러 가지 무기, 유기 화합물의
분리 및 정제

(7) 이온전극법 : 시료의 음이온 및 양이온(중금속 등) 분석

Chapter 4

분석방법 선정하기

1. 공정시험기준등의 규정에 따라 수질오염물질 별로 분석법을 선정할 수 있다.
2. 수질오염물질 분석방법을 선정하고 이에 따른 장비 및 기구 등을 선정한다.
3. 공정시험기준 등의 규정에 따라 시료의 특성, 수질오염물질별, 분석 조건, 전처리, 시험 조건 등을 선정 및 적용할 수 있다.

2. 전처리 및 분석조건 선정

1. 시료의 특성

1) 생활하수

세탁 및 식용배수, 분뇨, 음식찌꺼기 등이 포함되어 유기화합물을 많이 함유하고 있으며, 하천에 유입되면 생물화학적 산소요구량이 높아져 강과 호소가 자정능력을 잃게 된다. 많은 양의 합성세제는 잘 분해되지 않고 물속에서 거품을 형성하여 햇빛을 차단하며, 세제의 인산염 성분은 호소와 하천의 부영양화를 일으킨다.

2) 산업폐수

각종 산업 활동에 수반되어 발생하는 폐수로서 가정하수와는 달리 일반적으로 고농도이며, 중금속 등 유해물질을 많이 함유하고 있다.

3) 축산폐수

가축분뇨와 축산폐수배출시설을 청소한 물이 가축분뇨에 섞인 것으로, 오염 부하량이 폐수발생량에 비해 크기 때문에 공공수역으로 방류되면 부영양화를 초래한다.

2. 수질오염 물질별 분석 및 시험조건

수질오염물질은 물리적 · 화학적 성상, 생물학적 성상으로 구분할 수 있으며, 측정하고자 하는 항목에 따라 공정시험기준에 준하여 분석조건을 학습한다.

(1) 물리적 성상

- ① 온도(Tem.) : 수중에서 일정온도가 유지되도록 시간이 경과한 후 측정
- ② 탁도(Turbidity) : 시료내 고형물질이 잘 분산되도록 시료를 잘 흔들어서 섞은 후 공기 방울이 없어 질 때 까지 기다림.
- ③ 색도(Color) : 상수원수는 비색법을 산업폐수는 투과율법을 적용
- ④ 투명도(Transparency) : 날씨가 맑고 수면이 온화할 때 직사광선을 피해 수행하며 반복실험의 그 평균값을 0.1m 단위로 측정
- ⑤ 고형물 (Solid): 총 고형물은 103~105℃, 휘발성 고형물은 500±50℃에서 실험

(2) 화학적 성상

- ① 수소이온 농도(pH) : 시료채취 후 바로 측정
- ② 용존산소(DO) : 시료가 현저히 착색되어 있거나 산화성물질이 공존할 경우 전처리
- ③ 생물화학적 산소요구량(BOD) : 오염정도에 따라 직접법, 희석법, 식종 희석법을 선택
- ④ 화학적 산소요구량(COD) : 염분농도에 따라 산성 또는 알칼리성 과망간산칼륨법 선택
- ⑤ 질소(N) : 질소의 존재 형태에 따라 적절한 분석방법 선택
- ⑥ 인(P) : 인의 농도 및 형태에 따라 적절한 분석방법 선택
- ⑦ 염소이온(Cl) : 질산은 적정법은 시료가 심하게 착색되었을 경우 전처리
- ⑧ 노말헥산추출물질(n-Hexan) : 5mg/L 이하 시료는 농축시키고, 용기는 유리병 사용
- ⑨ 음이온 계면활성제(ABS) : MBAS 법으로 모든 계면활성제를 추출할 수는 없음
- ⑩ 알칼리도(Alkalinity) : 적정시 pH 변화에 주의

(3) 생물학적 성상분석

- ① 미생물 시료는 멸균된 용기를 이용하여 무균적으로 채취하여야 하며, 신체 접촉에 의한 오염이 발생하지 않도록 유의
- ② 물벼룩 급성 독성을 측정하기 위한 시료 및 배양 용기는 주기적으로 묽은 염산 용액에 담가 세척하여 사용하고, 시험수의 유해성이 금속성분에 기인한다고 판단되는 경우, 시험 후 시험용기 세척시 묽은 염산(10%) 세척 또는 질산용액 세척-헹굼 과정을 추가
- ③ 식물성 플랑크톤의 시료 채취시 플랑크톤 네트(mesh size 25 μ m)를 이용한 정성 채집과 반돈(Van-Dorn) 채수기 또는 채수병을 이용한 정량 채집을 병행하고, 정성 채집시 플랑크톤 네트는 수평 및 수직으로 수회씩 끌어 채집

3. 수질오염 물질 전처리

수질 오염 물질의 전처리는 질산에 의한 분해, 질산-염산에 의한 분해, 질산-황산에 의한 분해, 질산-과염소산에 의한 분해, 과염소산-플루오린화수소산에 의한 분해 방법이 있으며 적용시료에 따라 처리한다

<표> 수질오염 물질의 전처리 방법

전처리 방법	적용시료
질산에 의한 분해	- 유기물 함량이 낮은 깨끗한 하천수나 호소수 등의 시료에 적용
질산-염산 에 의한 분해	- 유기물 함량이 비교적 높지 않고 금속의 수산화물, 산화물, 산화물, 인산염 및 황화물을 함유하고 있는 시료에 적용
질산-황산에 의한 분해	- 유기물 등을 많이 함유하고 있는 대부분의 시료에 적용
질산-과염소산 에 의한 분해	- 유기물을 다량 함유하고 있으면서 산화분해가 어려운 시료들에 적용
과염소산-플루오르화수소산에 의한 분해	- 다량의 점토질 또는 규산염을 함유한 시료에 적용

4. 수행 순서

1. 분석하고자 하는 시료의 특성 및 분석조건을 파악한다.

1) 시료의 종류를 파악한다(하천수, 지하수, 생활하수, 산업폐수 등)

2) 시료의 특성을 파악한다.

(1) 유기물 함유량이 높은 시료

(2) 유기물 함유량이 낮은 비교적 깨끗한 시료

(3) 다량의 점토질 또는 규산염을 함유한 시료

(4) 유기물을 다량 함유하고 있으면서 산화 분해가 어려운 시료

(5) 유기물 함유량이 비교적 높지 않고 금속의 수산화물, 산화물, 인산염 등을 함유한 시료

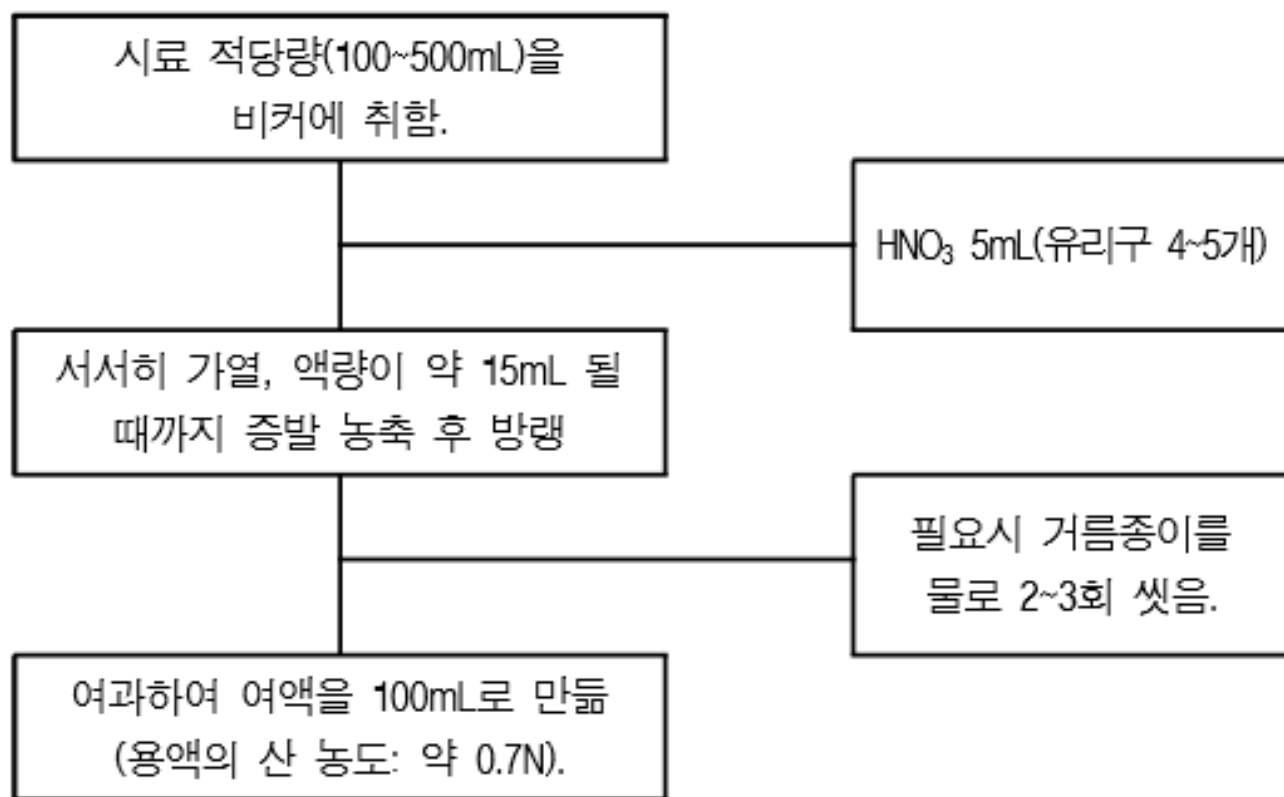
3) 수질 오염 물질은 물리적, 화학적, 생물학적 성상으로 구분할 수 있으며, 분석 조건은
공정 시험 기준에 의해 적용한다

2. 분석하고자 하는 수질오염 물질별 분석조건을 공정시험 기준에 의해 파악한다.

3. 채취한 시료의 특성에 적합한 전처리 방법을 선정한다.

1) 질산에 의한 유기물 분해

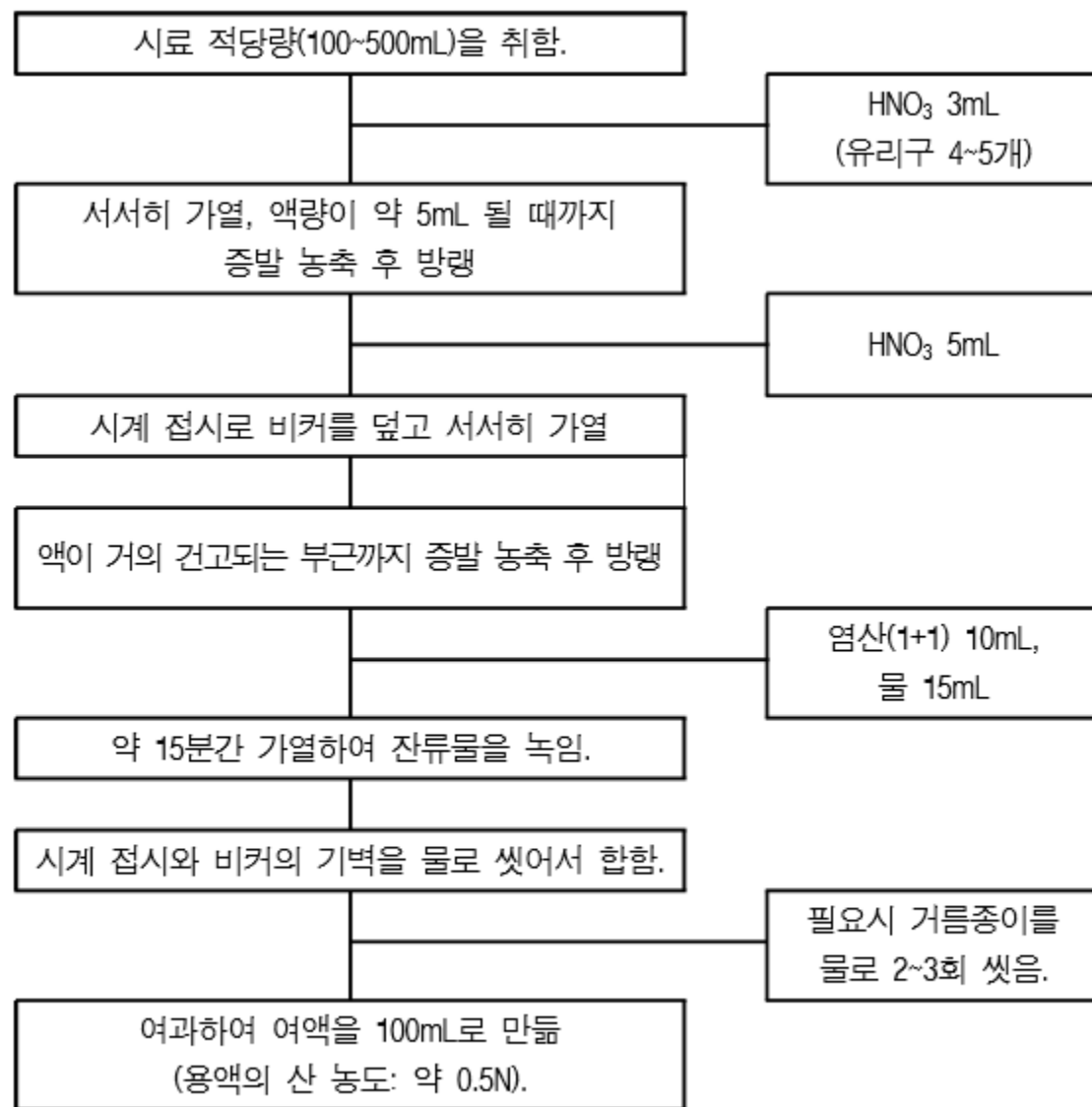
- 유기물 함유량이 낮은 깨끗한 하천수나 호소수 등의 시료에 적용



[그림 4-1] 질산에 의한 분해 과정

2) 질산-염산에 의한 분해

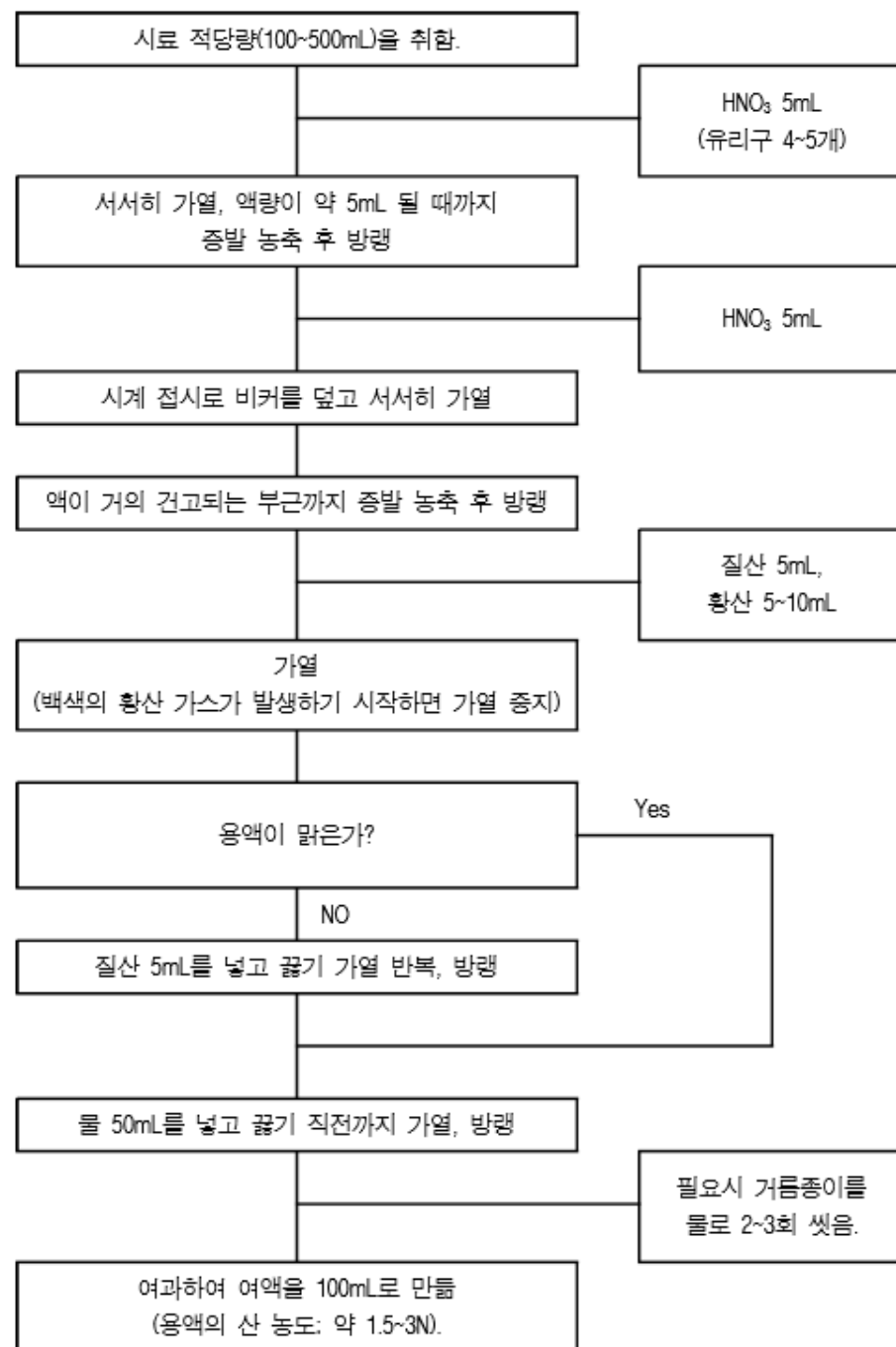
유기물 함유량이 비교적 높지않고 금속의 수산화물, 산화물, 인산염 및 황화물을 함유하고 있는 시료에 적용



[그림 4-2] 질산-염산에 의한 분해 과정

3) 질산-황산에 의한 분해

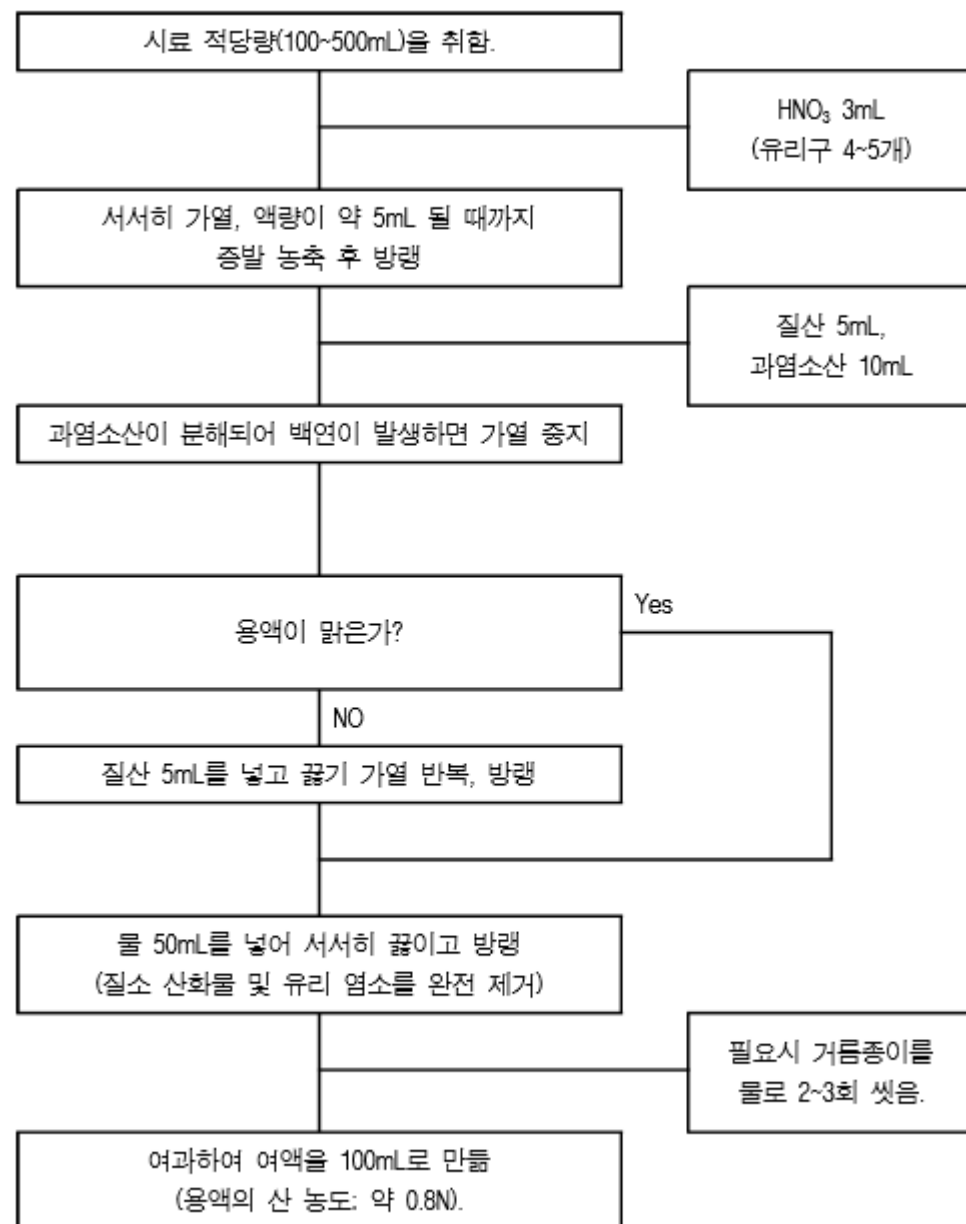
유기물 등을 많이 함유하고 있는 대부분의 시료에 적용하며 칼슘(Ca), 바륨(Ba), 납 (Pb) 등을 다량 함유한 시료는 난용성의 황산염(M_2SO_4)을 생성하여 다른 금속 성분을 흡착하므로 주의



[그림 4-3] 질산-황산에 의한 분해 과정

4) 질산-과염소산에 의한 분해

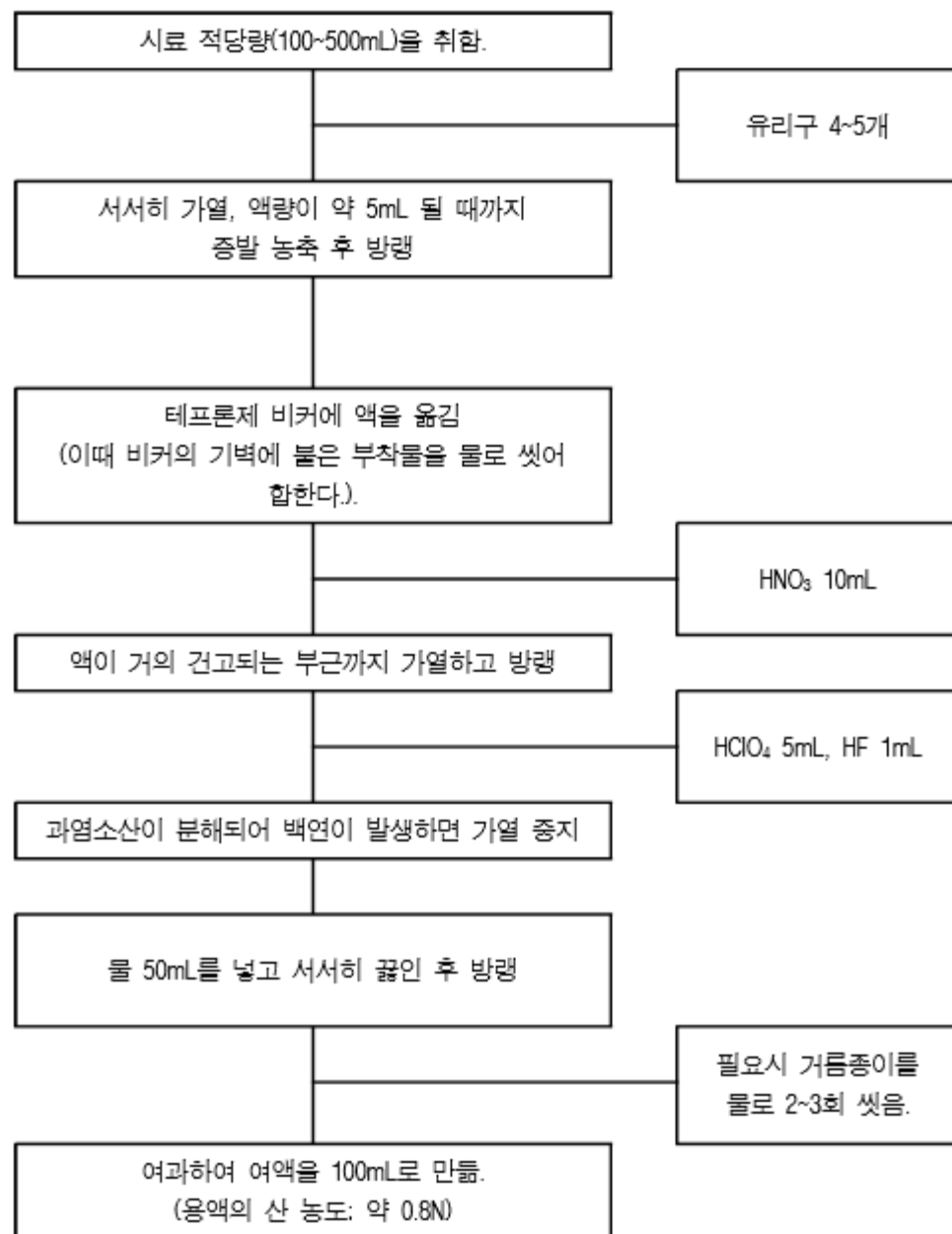
유기물을 다량함유하고 있으면서, 산화 분해가 어려운 시료에 적용



[그림 4-4] 질산-과염소산에 의한 분해 과정

5) 과염소산-플루오린화수소산에 의한 분해

다량의 점토질 또는 규산염을 함유한 시료에 적용



[그림 4-5] 과염소산-플루오린화수소산에 의한 분해 과정

감사합니다!!!